

**MOLYBDENUM TRAY AND ITS PRODUCTION**

Patent Number: JP2200766  
Publication date: 1990-08-09  
Inventor(s): HAMADA TAKEO; others: 01  
Applicant(s): TOHO KINZOKU KK  
Requested Patent:  JP2200766  
Application Number: JP19890018830 19890127  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C23C4/06; C23C4/12  
EC Classification:  
Equivalents: JP2764085B2

**Abstract**

**PURPOSE:**To produce a molybdenum tray for high-temp. sintering in which the occurrence of adhesion is prevented by successively forming an undercoat layer of molybdenum and a surface layer of ceramics on the surface of a molybdenum base material by a plasma spraying method and then burning the resulting coating layer at high temp.  
**CONSTITUTION:**A tray is formed by using a base material of molybdenum or molybdenum-base alloy. As this molybdenum-base alloy, e.g. the one prepared by adding SiO<sub>2</sub>, K<sub>2</sub>O, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, etc., to molybdenum is used. Further, this base material is prepared by the ordinary powder metallurgical method. Subsequently, an undercoat layer enriched in molybdenum and, on the above, a surface layer enriched in heat resisting ceramics are successively formed on the surface of the above base material by means of plasma spraying. The resulting coating layer is burnt at a temp. as high as  $\geq 1500$  deg.C to improve adhesive strength. The tray obtained by this method causes neither adhesion between mutual trays nor adhesion to other members even if used in a piled state for sintering nuclear reactor fuel, etc., at about 1700-1750 deg.C.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

特許文庫 5

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2764085号

(45) 発行日 平成10年(1998) 6月11日

(24) 登録日 平成10年(1998) 4月3日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	F I
C 2 3 C 4/10		C 2 3 C 4/10
C 2 2 C 27/04	1 0 2	C 2 2 C 27/04 1 0 2
// C 0 4 B 35/64		G 2 1 C 3/62 M
G 2 1 C 3/62		C 0 4 B 35/64 J

請求項の数 2 (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平1-18830  
 (22) 出願日 平成1年(1989) 1月27日  
 (65) 公開番号 特開平2-200766  
 (43) 公開日 平成2年(1990) 8月9日  
 審査請求日 平成8年(1996) 1月26日

(73) 特許権者 999999999  
 東邦金属株式会社  
 大阪府大阪市東区北浜3丁目5番地  
 (72) 発明者 浜田 健雄  
 福岡県北九州市門司区小森江2-1-23  
 東邦金属株式会社門司工場内  
 (72) 発明者 青木 義一  
 茨城県那珂郡東海村大字村松4-33 動力炉核燃料開発事業団東海事業所内  
 (74) 代理人 弁理士 菅原 弘志  
 審査官 長者 義久

(54) 【発明の名称】 モリブドントレイおよびその製法

1  
 (57) 【特許請求の範囲】  
 【請求項1】モリブデン又はモリブデン基合金を基材とするトレイであって、その表面にモリブデンと耐熱性セラミックスからなるコーティング層が形成されていることを特徴とするモリブドントレイ。  
 【請求項2】トレイを形成するモリブデン又はモリブデン基合金の基材の表面にプラズマ溶射法によりモリブデンに富む下地層を形成し、さらにその上からプラズマ溶射法により耐熱性セラミックスに富む表面層を形成したのち、1500°C以上の高温で焼成することを特徴とするモリブドントレイの製法。  
 【発明の詳細な説明】  
 【産業上の利用分野】  
 本発明は原子炉燃料等の焼結に使用されるモリブドントレイに関する。

2  
 【従来の技術】  
 原子炉用燃料である二酸化ウランや二酸化プルトニウム等のペレットの焼結は、耐熱性にすぐれたモリブドントレイにペレットを載せたものを複数枚積み重ねて加熱炉に入れ加熱することにより行なわれている。この場合、ペレットを直接トレイに載せることもあるが、モリブデン又はモリブデン基合金の敷板をトレイに載せ、その上にペレットを載せることが多い。  
 【発明が解決しようとする課題】  
 上記原子炉燃料の焼結温度は1700~1750°Cときわめて高温であり、しかも積み重ねられたトレイの総重量は30~40kgにも達するため、モリブドントレイや敷板その他の部品が互いに接着し、引剥し時に損傷するという問題があった。  
 これを防止するため、トレイや敷板等の部品の互いに

接触する部分にホーニング処理を施し表面粗さを粗くして接着を防止する方法がとられているが、この方法は初めのうちは接着が起りにくい回数回の使用で効果がなくなるという問題があった。

本発明は上記従来のモリブドントレイにおける接着の問題を解決することを目的としている。

[課題を解決するための手段]

上記課題を解決するため、本発明は次のようなモリブドントレイとその製法を提供する。

すなわち、本発明にかかるモリブドントレイは、モリブデン又はモリブデン基合金を基材とするトレイであって、その表面にモリブデンと耐熱性セラミックスからなるコーティング層が形成されていることを特徴としている。

また、本発明にかかるモリブドントレイの製法は、トレイを形成するモリブデン又はモリブデン基合金の基材の表面にプラズマ溶射法によりモリブデンに富む下地層を形成し、さらにその上からプラズマ溶射法により耐熱性セラミックスに富む表面層を形成したのち、1500°C以上の高温で焼成することを特徴としている。

以下、具体例を挙げつつ詳細に説明する。

まず、モリブドントレイの基材としては純モリブデン又はモリブデン基合金の板材が使用される。モリブデン基合金としては例えばモリブデンに $\text{SiO}_2$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 等を添加したものであり、適度の加工性と耐熱性を有するものであればよい。使用上不都合を生じない範囲であれば少量の他の元素を含有してもよい。モリブデン又はモリブデン基合金の板材は通常の粉末冶金法によって製造することができる。また、トレイの形状は、被加熱材を載せることができるものであればよく、例えば単なる平板のものであってもよく、箱状のものであってもよい。

この基材の表面にコーティング層を形成するが、このコーティング層は接着を防止するためのものであるから、基材の全表面に形成する必要はなく、少なくとも使用時に他のトレイその他の物品に接触する部分のみに形成しておけばよい。

コーティング層は大別してモリブデンに富んだ下地層と実質的に耐熱性セラミックスからなる表面層からなる。これら下地層と表面層とは明確に境界づけられる必要はなく、理想的には最下部すなわち基材に接する部分が純モリブデン（又はモリブデン基合金）で、表層になるほど耐熱性セラミックスの濃度が高くなるよう濃度勾配があり、最上層部が実質的に耐熱性セラミックスの層となっているのが望ましい。耐熱性セラミックスとしては、例えばアルミナ、マグネシヤ、ジルコニヤ等の酸化物が最も普通であるが、他に窒化物や硼化物等公知の耐熱性セラミックスを使用することができる。

このようなコーティング層は、例えばプラズマ溶射法によって形成することができる。この場合、例えば平均粒度3~5ミクロン程度のモリブデン粉末を用い、流動

性を改良するため例えばポリビニール系の造粒剤を用いて10~100ミクロン程度、より好ましくは30~80ミクロン程度の球状の顆粒に造粒して使用する。また、耐熱性セラミックスも例えば10~40ミクロン程度の粒状のものを使用する。これらを市販のプラズマ溶射機に入れ、両者の配合比を調節しながら基材表面に吹き付けてゆけばよい。なお、密着性を向上させるため基材表面は予め30~60ミクロンの表面粗さに荒らしておくのが好ましい。プラズマ溶射により所望のコーティング層を形成したら、その密着性を向上するため、例えば水素気流中又は不活性雰囲気中で1500~1800°Cに加熱して焼成を行なう。これにより接合強度のすぐれたコーティング層が形成されるのである。

[実施例]

通常の粉末冶金法によって製造した純モリブデン板製トレイの表面にプラズマ溶射法によりモリブデンとアルミナの複合層を形成した。その手順は次の通りであった。

まず、平均粒度3.5ミクロンの純モリブデン粉末を平均粒度約50ミクロンの顆粒に造粒した。また、アルミナ粒としては純度99.6%以上で粒度約30ミクロンの市販のアルミナ粉末を使用した。これら両原料粒をプラズマ溶射機の2つのポットに別々に入れ、両原料の配合比を変化させながら前記トレイの表面に溶射を行ない、第1表に示すようなコーティング層を形成した。同表において、実施例1はモリブデン50%（重量%、以下同じ）とアルミナ50%の混合物からなる複合層一層のみを形成したものである。実施例2は基材表面に先ずモリブデン100%の下地層を形成し、その上からモリブデン50%とアルミナ50%の複合層を形成した概略二層構造のものである。また実施例3は、先ずモリブデン100%の下地層を形成し、その上にモリブデン50%とアルミナ50%の複合層を形成したのち、さらにその上にアルミナ100%の表面層を形成したものである。この構造を模式的に表わせば第1図のようになる。図中Aはモリブデン基材、Bはコーティング層で、B1は純モリブデン下地層、B2はモリブデンとアルミナの複合層、B3は純アルミナ表面層である。プラズマ溶射によるコーティング層の厚みは100~150ミクロンとした。このうち、実施例2,3のモリブデン100%の下地層の厚さは10~50ミクロン、好ましくは30~50ミクロンであった。焼成温度は1500~1800°Cであり、雰囲気は水素気流中、保持時間は3~5時間であった。なお、第1表には比較例として基材表面にアルミナ層のみを200ミクロンの厚みで形成したものを併記している。

上記各実施例と比較例についてコーティング層の剥離強度を調べた結果は第1表に示す通りであった。この剥離強度は、コーティング層の表面に接着剤で鋼材を接合し、引張り荷重を負荷してコーティング層が剥離する荷重を調べたものである。同表からわかる通り、実施例の

ものは比較例のものに較べ4～5倍の強度を有し、長時間の使用に充分耐えるものであった。また、これら実施例の構造を有するモリブデンレイを実際に原子炉燃料\*

\*の焼結に使用した結果、いずれも問題となる接着現象は生じなかった。

第 1 表

区分	コーティング層	焼成条件	剥離強度(kg/mm <sup>2</sup> )
実施例 1	50%Mo-50%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 複合層のみ	1500～1800°C×3～5hr	15～20
実施例 2	100%Mo層+50%Mo-50%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 複合層	同上	20～25
実施例 3	100%Mo層+50%Mo-50%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 複合層+100%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 層	同上	20～25
比較例	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 層のみ(200μm)	同上	2～5

[発明の効果]

以上の説明から明らかなように、本発明によれば高温で長時間使用しても問題となる接着現象が生じないすぐれたモリブデンレイを得ることが可能となった。

※【図面の簡単な説明】

第1図は本発明の一実施例の構造を模式的にあらわす断面図である。

A……基材、B……コーティング層

【第1図】

